



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

REC'D 14 NOV 2003

WIPO

PCT

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 27 OCT. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Martine PLANCHE

Best Available Copy

INSTITUT
NATIONAL DE
PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE

26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ
Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 260899

REMISE DES PIÈCES DATE 17 JUIL 2002 LIEU 69 INPI LYON N° D'ENREGISTREMENT 0209015 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 17 JUIL 2002		1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE COATEX S.A.S. Eric HESSANT 35 rue Ampère Z.I. Lyon Nord 69730 GENAY FRANCE	
Vos références pour ce dossier (facultatif) BR0121			
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N°	Date <input type="text"/>
ou demande de certificat d'utilité initiale		N°	Date <input type="text"/>
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/>	Date <input type="text"/>
Demande de brevet initiale		N°	Date <input type="text"/>
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de préparation de suspensions aqueuses de charges minérales. Suspensions aqueuses de charges minérales obtenues et leurs utilisations.			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation <input type="text"/> N° <input type="text"/> Date <input type="text"/> Pays ou organisation <input type="text"/> N° <input type="text"/> Date <input type="text"/> Pays ou organisation <input type="text"/> N° <input type="text"/> Date <input type="text"/> <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		O M Y A	
Prénoms			
Forme juridique		Société par Actions Simplifiées	
N° SIREN		5 6 2 0 7 2 6 7 8	
Code APE-NAF		1 4 1 C	
Adresse		35 Quai André Citroën	
Rue			
Code postal et ville		75725 PARIS Cedex 15	
Pays		FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			

**BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE 17 JUIL 2002 LIEU 69 INPI LYON N° D'ENREGISTREMENT 0209015 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	DB 540 W / 260899
Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>		BR0121	
6 MANDATAIRE			
Nom		HESSANT	
Prénom		Eric	
Cabinet ou Société		COATEX S.A.S.	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		PG n° 9791	
Adresse	Rue	35 rue Ampère	
	Code postal et ville	69730	GENAY (FRANCE)
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>			
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>			
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			
7 INVENTEUR (S)			
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée	
8 RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition.) <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Pour OMYA S.A.S. Eric HESSANT (Le Mandataire)		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI BL DUEZ	

PROCEDE DE PREPARATION DE SUSPENSIONS
AQUEUSES DE CHARGES MINERALES.
SUSPENSIONS AQUEUSES DE CHARGES MINERALES
OBTENUES ET LEURS UTILISATIONS.

5

La présente invention concerne le secteur technique des charges minérales, tels que notamment le domaine papetier et en particulier le couchage du papier et la charge de masse du papier, ou encore les domaines de la peinture, du traitement des eaux comme
10 notamment le domaine des boues d'épuration, de la détergence, de la céramique, des ciments ou des liants hydrauliques, des travaux publics, des encres et des vernis, de l'encollage des textiles ou encore tout type d'industrie nécessitant la mise en œuvre de suspensions pigmentaires concentrées, et concerne plus particulièrement les domaines du papier, du traitement des eaux, de la peinture et de la céramique.

15

De manière plus particulière, l'invention concerne un procédé de préparation de suspensions aqueuses de charges ou pigments minéraux ayant une bonne rhéologie mises en œuvre dans les divers domaines précités.

20

Pour réaliser les applications industrielles dans les domaines ci-dessus, il est nécessaire de produire des suspensions de charges minérales, notamment des carbonates de calcium, présentant une excellente rhéologie c'est-à-dire disposant d'une viscosité faible pendant la durée de stockage pour en faciliter la manipulation et l'application, de même qu'une teneur en matière minérale la plus élevée possible, afin de diminuer la
25 quantité d'eau manipulée.

Lors de la fabrication de ces suspensions aqueuses de charges minérales répondant aux critères précités, certains procédés aboutissent à des suspensions aqueuses faiblement concentrées en matières minérales ou organiques.

30

Il faut alors concentrer ces suspensions pour les proposer à l'utilisateur final qui utilise lesdites suspensions aqueuses ou pour éliminer les solvants présents lorsque ces charges sont mises en œuvre sous forme de poudre.

Un des moyens connus à ce jour est la concentration de ces suspensions par un procédé de filtration, mais ces filtrations aboutissaient jusqu'à ce jour à des gâteaux tellement compacts qu'il est nécessaire d'une part d'ajouter du dispersant après l'étape de filtration et d'autre part de mettre en œuvre une forte énergie mécanique pour les remettre en suspension ou véhiculer les suspensions concentrées.

Ainsi, la demande de brevet WO 00/39029 enseigne à l'homme du métier qu'un procédé pour préparer une suspension aqueuse de carbonate de calcium consiste à poursuivre l'étape de filtration par une étape de concentration thermique puis par une étape de mise en œuvre d'énergie mécanique pour remettre en suspension les particules minérales, ceci avec l'ajout de dispersant après l'étape de filtration.

Confrontée à ce problème d'utilisation supplémentaire d'agent dispersant ou de mise en œuvre d'une forte énergie mécanique, la Demanderesse a alors trouvé, de manière surprenante que, selon l'invention le procédé de préparation de suspensions aqueuses de matières minérales caractérisé par une filtration en deux étapes distinctes permet de résoudre le problème et donc de pouvoir obtenir une suspension aqueuse de matières minérales directement utilisable après l'étape de filtration, éventuellement suivie d'une compression, sans l'obligation de mettre en œuvre une étape supplémentaire telle que l'ajout d'agent dispersant après l'étape de concentration ou bien l'utilisation d'énergie mécanique pour la remise en suspension des matières minérales.

Ainsi, il est connu (Solid-liquid filtration and separation technology, A.Rushton, A.S.Ward, R.G.Holdich, 1996 ; Filtration : Equipment selection Modelling and process simulation, R.J.Wakeman, E.S.Tarleton, 1999 ; Pratique de la filtration, J.P.Duroudier, 1999) de filtrer des suspensions ne contenant pas de dispersant mais l'inconvénient est d'aboutir à des gâteaux difficilement redispersables.

Il est également connu (JP 53-025646) d'introduire, dans une suspension aqueuse de carbonate de calcium, la moitié de la quantité du dispersant avant de filtrer ladite suspension et de rajouter l'autre moitié après l'étape de filtration pour obtenir une suspension hautement concentrée en carbonate de calcium.

L'homme du métier connaît également un autre document (GB 1 482 258) qui révèle un procédé de préparation de suspensions aqueuses de carbonate de calcium précipité (PCC) mettant en œuvre un dispersant avant l'étape de concentration par une filtration en une seule étape, mais ce procédé présente deux inconvénients majeurs.

5

Le premier consiste en la nécessité de l'utilisation d'une pression supérieure à 17 bars pour pouvoir filtrer ainsi qu'en l'obligation de mettre en œuvre des appareillages dispersifs bien particuliers pour disperser le gâteau obtenu.

10

Le deuxième inconvénient de ladite méthode réside dans le fait que de grandes quantités de dispersant se retrouvent dans le filtrat générant alors des problèmes d'environnement, d'écologie, de traitement des rejets ou encore de recirculation des eaux utilisées dans le reste du procédé ainsi que générant des problèmes de coût au vu des grandes quantités de dispersant mis en œuvre.

15

De même le brevet GB 1 463 974, décrit une méthode de filtration à une seule étape aboutissant aux mêmes inconvénients que ceux précités.

20

Ainsi les techniques connues de l'homme du métier le conduisent à utiliser l'agent dispersant soit totalement après la filtration soit la moitié avant l'étape de filtration et l'autre moitié après l'étape de filtration ou alors à utiliser l'agent dispersant avant l'étape de filtration mais avec la nécessité de mettre en œuvre d'une part une quantité importante d'agent dispersant générant les inconvénients précités et d'autre part un appareillage dispersif bien particulier.

25

De manière générale, toutes ces techniques connues jusqu'à ce jour ont l'inconvénient d'aboutir à une grande difficulté de remise en suspension du gâteau si l'on veut obtenir des suspensions fortement concentrées en matière sèche et disposant d'une bonne rhéologie.

30

Ainsi un des buts de l'invention est de proposer un procédé de préparation de suspensions aqueuses de charges et/ou pigments minéraux ayant une bonne rhéologie, c'est-à-dire de proposer un procédé de préparation de suspensions aqueuses de matières

minérales fluides, pompables et transportables par l'utilisateur final immédiatement après l'étape de filtration, éventuellement suivie d'une compression, et ceci pour de faibles quantités de dispersant mis en œuvre et permettant le contrôle des quantités de dispersant présent dans le filtrat en vue d'obtenir des quantités quasi-nulles de dispersant présent dans le filtrat.

Par quantités quasi-nulles de dispersant présent dans le filtrat on entend que la fin de la deuxième étape correspond à l'apparition de dispersant dans le filtrat. Cette apparition de dispersant dans le filtrat est quantifiée par une mesure de conductivité électrique.

Ce procédé de préparation, selon l'invention, de suspensions aqueuses de matières minérales fluides, pompables et transportables par l'utilisateur final immédiatement après l'étape de filtration, avec de faibles quantités de dispersant mis en œuvre et permettant le contrôle des quantités de dispersant présent dans le filtrat se caractérise en ce qu'il comporte une filtration en deux étapes distinctes, éventuellement suivie d'une compression.

De manière plus particulière, ces deux étapes distinctes de filtration sont composées d'une première étape où il se forme une pré-couche ne mettant en œuvre aucun agent dispersant suivie d'une deuxième étape continue à la première en présence d'un ou plusieurs agents dispersants, et de manière encore plus particulière suivie d'une deuxième étape de filtration contenant 0,01 % à 10 %, préférentiellement de 0,1 % à 2 % en poids sec de dispersant par rapport au poids sec de matière minérale à filtrer.

Cette pré-couche formée, l'eau de la pré-couche est remplacée, lors de la deuxième étape, par l'eau de la deuxième étape contenant un ou plusieurs agents dispersants de manière à ce que le ou les dispersants soient répartis de manière homogène dans tout le gâteau de filtration.

Il est à noter que pendant toute la durée de la filtration, la pression mise en œuvre a une valeur de l'ordre de celle couramment utilisée dans les procédés de filtration classique. De manière encore plus particulière, ce procédé selon l'invention, se caractérise en ce que la quantité d'agent dispersant présent dans le filtrat est contrôlée et limitée par une

mesure en continu de la conductivité électrique du filtrat et en ce que l'étape de filtration est stoppée dès l'instant où la conductivité électrique du filtrat augmente. Cet arrêt de la filtration au moment où la conductivité électrique augmente correspond à une quantité quasi-nulle de dispersant présent dans le filtrat.

5

Ainsi, le procédé selon l'invention permet d'obtenir directement des suspensions aqueuses de matières minérales fluides, pompables et transportables immédiatement après l'étape de filtration, éventuellement suivie d'une compression, avec de faibles quantités de dispersant mis en œuvre et des quantités quasi-nulles de dispersant présent

10

Pour ce faire, le ou les agents dispersants mis en œuvre sont choisis soit parmi les dispersants couramment utilisés dans le domaine de la mise en suspension des charges minérales tels que par exemple les polyphosphates, les polyacrylates fonctionnalisés ou non, ou tout autre polymère à fonction dispersante, soit parmi les tensio-actifs anioniques, cationiques, non ioniques ou encore zwitterioniques.

15

Le procédé de préparation de suspensions aqueuses de matières minérales selon l'invention se caractérise, en ce que la matière minérale peut être choisie parmi le carbonate de calcium naturel dont notamment les différentes craies, calcites, marbres ou encore choisie parmi le carbonate de calcium synthétique tel que le carbonate de calcium précipité à différents stades de cristallisation ou bien encore parmi les carbonates mixtes de magnésium et de calcium tels que les dolomies ou encore parmi le carbonate de magnésium, le carbonate de zinc, la chaux, la magnésie, le sulfate de baryum tel que la baryte, le sulfate de calcium, la silice, les silico-magnésiens tels que le talc, la wollastonite, les argiles et autres silico-alumineux tels que les kaolins, le mica, les oxydes ou hydroxydes de métaux ou d'alcalino-terreux tels que l'hydroxyde de magnésium, les oxydes de fer, l'oxyde de zinc, l'oxyde de titane, les dioxydes de titane sous ses formes anatase ou rutil, et leurs mélanges comme notamment les mélanges de talc et de carbonate de calcium.

20

25

30

De manière préférentielle, la matière minérale est choisie parmi le carbonate de calcium naturel, le carbonate de calcium synthétique encore appelé carbonate de calcium

précipité, le dioxyde de titane sous ses formes anatase ou rutil, le kaolin, l'hydroxyde d'aluminium, les argiles ou leurs mélanges.

5 Enfin, un autre but de l'invention concerne l'utilisation des suspensions aqueuses selon l'invention dans les domaines du papier, de la peinture, du traitement des eaux comme notamment le domaine des boues d'épuration, de la détergence, de la céramique, des ciments ou des liants hydrauliques, des travaux publics, des encres et des vernis, de l'encollage des textiles ou encore tout type d'industrie nécessitant la mise en œuvre de
10 des suspensions pigmentaires concentrées, et concerne plus particulièrement l'utilisation des suspensions aqueuses selon l'invention dans les domaines du papier, du traitement des eaux, de la peinture et de la céramique.

La portée et l'intérêt de l'invention seront mieux perçus grâce aux exemples suivants qui ne sauraient être limitatifs.

15

EXEMPLE 1

20 Cet exemple illustre l'invention et concerne la filtration d'une suspension aqueuse de carbonate de calcium naturel et plus particulièrement d'une craie de Champagne de diamètre médian égal à 2 micromètres.

Pour ce faire, on met en œuvre 286,8 grammes de la suspension de craie ayant une concentration en matière sèche égale à 20,3 % et comme appareil de filtration, un
25 équipement de laboratoire de la société CHOQUENET constitué :

- d'un cadre en polypropylène comportant une chambre de 2,2 cm de largeur et 25 cm² de section,
- 30 - de deux plateaux en acier dont l'un fixe, présentant des cannelures sur la face interne, par lesquelles le filtrat est recueilli,
- de deux joints qui assurent l'étanchéité entre les plateaux et le cadre,

- de deux membranes filtrantes en polypropylène de la société SEFAR FYLTIS (réf. : F 0149 AN)

5 La chambre de filtration (CF) peut être alimentée successivement par un réservoir R1 contenant la suspension du pigment à concentrer puis par un second réservoir R2 contenant la même suspension que précédemment à laquelle sera ajoutée une quantité de dispersant Co nécessaire à l'obtention d'un gâteau concentré (ES₂) et facilement débatissable, c'est-à-dire un gâteau ayant une consistance suffisante pour être sorti de la chambre de filtration en un seul élément. Une autre alternative consiste en ce que R2 ne
10 contient qu'une solution de dispersant.

Le procédé de filtration proprement dit se déroule en deux étapes distinctes (Voir schéma 1) :

- 15 1/ Lors d'une première étape, une pré-couche à partir de la suspension 1 est formée sur les membranes filtrantes,
2/ suivie d'une deuxième étape où la filtration est effectuée à partir de la suspension 2 contenant le dispersant.

20 Lors de la deuxième étape, l'eau contenue dans la pré-couche est remplacée par l'eau chargée en dispersant contenue dans la suspension 2 si bien qu'à la fin de l'étape de filtration, le dispersant est réparti de façon homogène dans tout le gâteau de filtration.

Chacune des étapes de filtration est réalisée sous une pression de 5 bars.

25 L'étape de filtration est suivie par une étape de compression sous une pression de 15 bars et permet d'obtenir un gâteau de filtration de siccité ES₂.

30 Le gâteau de filtration est alors soumis à un faible cisaillement afin d'obtenir une suspension encore appelé "slurry" fluide.

Cette étape est réalisée à l'aide d'un agitateur mécanique standard de laboratoire de type RAYNERI muni d'une pale adaptée.

Lorsque la suspension est homogène, nous procédons à la mesure de sa viscosité (visco-
2) à l'aide d'un viscosimètre Brookfield™ type RVT muni d'un module adapté.

5 La suspension selon l'invention, obtenue par le procédé selon l'invention décrit ci-dessus et mettant en œuvre 0,2 % en poids sec, par rapport au poids sec de craie sèche, d'un polyacrylate d'ammonium de poids moléculaire en poids égal à 4500 g/mole, est alors une suspension aqueuse de craie ayant une concentration en matière sèche égale à 76,8 % et une viscosité Brookfield™ égale à 2900 mPa.s mesurée à 10 tours/minute et égale à 518 mPa.s mesurée à 100 tours/minute.

10 L'étape de filtration est stoppée lorsque la conductivité électrique du filtrat mesurée à l'aide d'un conductimètre HI 8820N de Hanna Instruments (Portugal) augmente, c'est-à-dire après avoir recueilli 170,6 grammes de filtrat. La teneur en dispersant dans le filtrat est alors quasi-nulle.

15

EXEMPLE 2

Cet exemple illustre l'invention et concerne la filtration d'une suspension aqueuse de carbonate de calcium naturel et plus particulièrement d'un marbre de diamètre médian
20 égal à 0,75 micromètre.

Pour ce faire, avec le même mode opératoire et le même matériel que dans l'exemple 1, on met en œuvre d'une part 173,2 grammes de la suspension aqueuse de marbre dont la concentration en matière sèche est égale à 27,6 % et d'autre part 0,5 % en poids sec,
25 par rapport au poids sec de marbre, d'un polyacrylate de sodium dénommé Coatex DV 834, pour obtenir directement une suspension aqueuse de marbre dont la concentration en matière sèche est égale à 72,1 %, et dont la viscosité Brookfield™ est égale à 635 mPa.s mesurée à 10 tours/minute et égale à 240 mPa.s mesurée à 100 tours/minute.

30 L'étape de filtration est stoppée lorsque la conductivité électrique du filtrat mesurée à l'aide d'un conductimètre HI 8820N de Hanna Instruments (Portugal) augmente, c'est-à-dire après avoir recueilli 114,5 grammes de filtrat. La teneur en dispersant dans le filtrat est alors quasi-nulle.

EXEMPLE 3

Cet exemple illustre l'invention et concerne la filtration d'une suspension aqueuse de carbonate de calcium précipité (PCC) de diamètre médian égal à 0,9 micromètre.

5

Pour ce faire, avec le même mode opératoire et le même matériel que dans l'exemple 1, on met en œuvre d'une part 156 grammes de la suspension aqueuse de PCC dont la concentration en matière sèche est égale à 24 % et d'autre part 1,0 % en poids sec, par rapport au poids sec de PCC, d'un polyacrylate de sodium de poids moléculaire en poids égal à 10 000 g/mole, pour obtenir directement une suspension aqueuse de PCC dont la concentration en matière sèche est égale à 65,9 %, et dont la viscosité Brookfield™ est égale à 4570 mPa.s mesurée à 10 tours/minute et égale à 930 mPa.s mesurée à 100 tours/minute.

10

L'étape de filtration est stoppée lorsque la conductivité électrique du filtrat mesurée à l'aide d'un conductimètre HI 8820N de Hanna Instruments (Portugal) augmente, c'est-à-dire après avoir recueilli 123,7 grammes de filtrat. La teneur en dispersant dans le filtrat est alors quasi-nulle.

20

EXEMPLE 4

Cet exemple illustre l'invention et concerne la filtration d'une suspension aqueuse de carbonate de calcium naturel et plus particulièrement d'un marbre de diamètre médian égal à 0,6 micromètre.

25

Pour ce faire, avec le même mode opératoire et le même matériel que dans l'exemple 1, on met en œuvre d'une part 226,4 grammes de la suspension aqueuse de marbre dont la concentration en matière sèche est égale à 20,9 % et d'autre part 1,0 % en poids sec, par rapport au poids sec de marbre, d'un polyacrylate de sodium dénommé Coatex DV 834, pour obtenir directement une suspension aqueuse de marbre dont la concentration en matière sèche est égale à 70,0 %, et dont la viscosité Brookfield™ est égale à 1500 mPa.s mesurée à 10 tours/minute et égale à 670 mPa.s mesurée à 100 tours/minute.

30

L'étape de filtration est stoppée lorsque la conductivité électrique du filtrat mesurée à l'aide d'un conductimètre HI 8820N de Hanna Instruments (Portugal) augmente, c'est-à-dire après avoir recueilli 177,7 grammes de filtrat. La teneur en dispersant dans le filtrat est alors quasi-nulle.

5

EXEMPLE 5

Cet exemple illustre l'invention et concerne la filtration d'une suspension aqueuse de dioxyde de titane commercialisé par la société Elementis sous le nom de RHD2.

10

Pour ce faire, avec le même mode opératoire et le même matériel que dans l'exemple 1, on met en œuvre d'une part 390,9 grammes de la suspension aqueuse de dioxyde de titane dont la concentration en matière sèche est égale à 24,2 % et d'autre part 0,3 % en poids sec, par rapport au poids sec de dioxyde de titane, d'un copolymère commercialisé par la société Coatex sous le nom Coatex BR3, pour obtenir directement

15

une suspension aqueuse de dioxyde de titane dont la concentration en matière sèche est égale à 74,2 %, et dont la viscosité Brookfield™ est égale à 1100 mPa.s mesurée à 10 tours/minute et égale à 460 mPa.s mesurée à 100 tours/minute.

20

L'étape de filtration est stoppée lorsque la conductivité électrique du filtrat mesurée à l'aide d'un conductimètre HI 8820N de Hanna Instruments (Portugal) augmente, c'est-à-dire après avoir recueilli 288,5 grammes de filtrat. La teneur en dispersant dans le filtrat est alors quasi-nulle.

25

EXEMPLE 6

Cet exemple illustre l'invention et concerne la filtration d'une suspension aqueuse de kaolin commercialisé par la société Imerys sous le nom de SPS.

30

Pour ce faire, avec le même mode opératoire et le même matériel que dans l'exemple 1, on met en œuvre d'une part 229,1 grammes de la suspension aqueuse de kaolin dont la concentration en matière sèche est égale à 23,9 % et d'autre part 0,2 % en poids sec, par rapport au poids sec de kaolin, d'un polyacrylate de sodium de poids moléculaire en

poids égal à 4500 g/mole, pour obtenir directement une suspension aqueuse de kaolin dont la concentration en matière sèche est égale à 68,0 %, et dont la viscosité Brookfield™ est égale à 1590 mPa.s mesurée à 10 tours/minute et égale à 655 mPa.s mesurée à 100 tours/minute.

5

L'étape de filtration est stoppée lorsque la conductivité électrique du filtrat mesurée à l'aide d'un conductimètre HI 8820N de Hanna Instruments (Portugal) augmente, c'est-à-dire après avoir recueilli 167,7 grammes de filtrat. La teneur en dispersant dans le filtrat est alors quasi-nulle.

10

EXEMPLE 7

Cet exemple illustre l'invention et concerne la filtration d'une suspension aqueuse d'hydroxyde d'aluminium commercialisé par la société Martinswerk sous le nom de OL 104.

Pour ce faire, avec le même mode opératoire et le même matériel que dans l'exemple 1, on met en œuvre d'une part 201,0 grammes de la suspension aqueuse d'hydroxyde d'aluminium dont la concentration en matière sèche est égale à 25,3 % et d'autre part 0,25 % en poids sec, par rapport au poids sec d'hydroxyde d'aluminium, d'un copolymère de poids moléculaire en poids égal à 3500 g/mole et composé d'acide acrylique et de méthacrylate de méthoxy-polyéthylène glycol de poids moléculaire 2000 totalement neutralisé à la soude, pour obtenir directement une suspension aqueuse d'hydroxyde d'aluminium dont la concentration en matière sèche est égale à 71,8 %, et dont la viscosité Brookfield™ est égale à 230 mPa.s mesurée à 10 tours/minute et égale à 230 mPa.s mesurée à 100 tours/minute.

30

L'étape de filtration est stoppée lorsque la conductivité électrique du filtrat mesurée à l'aide d'un conductimètre HI 8820N de Hanna Instruments (Portugal) augmente, c'est-à-dire après avoir recueilli 144,2 grammes de filtrat. La teneur en dispersant dans le filtrat est alors quasi-nulle.

REVENDECATIONS

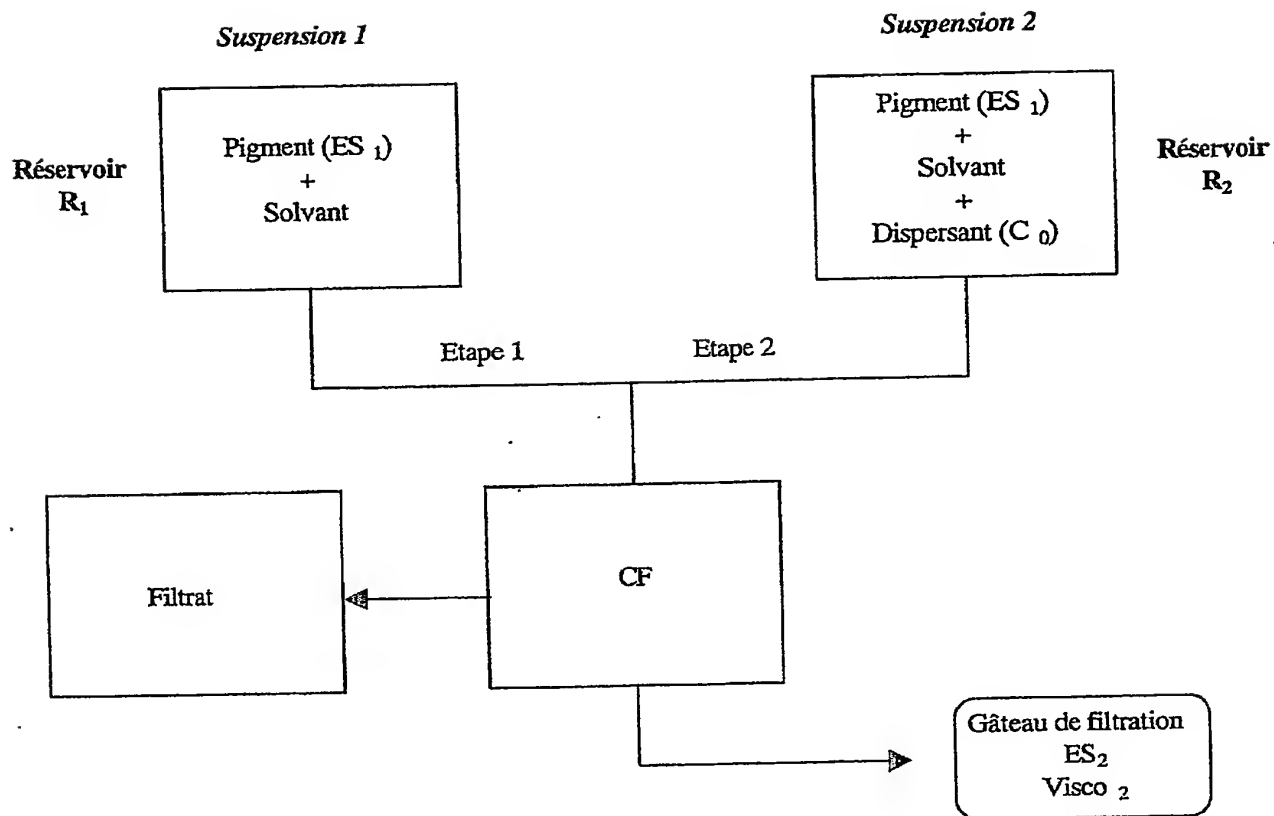
- 1- Procédé de préparation de suspensions aqueuses de matières minérales fluides, pompables et transportables par l'utilisateur final immédiatement après l'étape de filtration, éventuellement suivie d'une compression, avec de faibles quantités de dispersant mis en œuvre et permettant le contrôle des quantités de dispersant présent dans le filtrat caractérisé en ce qu'il comporte une filtration en deux étapes distinctes éventuellement suivie d'une compression.
- 2- Procédé de préparation de suspensions aqueuses de matières minérales selon la revendication 1 caractérisé en ce que les deux étapes distinctes de la filtration sont constituées d'une première étape où il se forme une pré-couche ne mettant en œuvre aucun agent dispersant suivie d'une deuxième étape continue à la première en présence d'un ou plusieurs agents dispersants, au cours de laquelle l'eau de la pré-couche est remplacée par l'eau de la deuxième étape de filtration contenant un ou plusieurs agents dispersants.
- 3- Procédé de préparation de suspensions aqueuses de matières minérales selon l'une des revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que la quantité d'agent dispersant utilisé dans la deuxième étape est comprise entre 0,01 % et 10 %, préférentiellement entre 0,1 % et 2 % en poids sec de dispersant par rapport au poids sec de matière minérale à filtrer.
- 4- Procédé de préparation de suspensions aqueuses de matières minérales selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que la quantité d'agent dispersant présent dans le filtrat est contrôlée et limitée par une mesure en continu de la conductivité électrique du filtrat et en ce que l'étape de filtration est stoppée dès l'instant où la conductivité électrique du filtrat augmente.
- 5- Procédé de préparation de suspensions aqueuses de matières minérales selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que la matière minérale est choisie parmi le carbonate de calcium naturel telles que les différentes craies, calcites, marbres ou encore choisie parmi le carbonate de calcium synthétique tel que le carbonate de

calcium précipité à différents stades de cristallisation ou bien encore parmi les carbonates mixtes de magnésium et de calcium tels que les dolomies ou encore parmi le carbonate de magnésium, le carbonate de zinc, la chaux, la magnésie, le sulfate de baryum tel que la baryte, le sulfate de calcium, la silice, les silico-magnésiens tels que le talc, la wollastonite, les argiles et les silico-alumineux tels que les kaolins, le mica, les oxydes ou hydroxydes de métaux ou d'alcalino-terreux tels que l'hydroxyde de magnésium, les oxydes de fer, l'oxyde de zinc, l'oxyde de titane, les dioxydes de titane sous ses formes anatase ou rutil, et leurs mélanges, et préférentiellement choisie parmi le carbonate de calcium naturel, le carbonate de calcium synthétique encore appelé carbonate de calcium précipité, le dioxyde de titane sous ses formes anatase ou rutil, le kaolin, l'hydroxyde d'aluminium, les argiles ou leurs mélanges.

6- Suspension aqueuse de matières minérales fluide, pompable et transportable par l'utilisateur final immédiatement après l'étape de filtration, éventuellement suivie d'une compression, caractérisée en ce qu'elle contient 0,01 % à 10 %, préférentiellement 0,1 % à 2 % en poids sec de dispersant par rapport au poids sec de matière minérale à filtrer, et en ce qu'elle est obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5.

7- Utilisation de la suspension aqueuse selon la revendication 6 dans les domaines du papier, de la peinture, du traitement des eaux comme le domaine des boues d'épuration, de la détergence, de la céramique, des ciments ou des liants hydrauliques, des travaux publics, des encres et des vernis, de l'encollage des textiles et plus particulièrement dans le domaine du papier, de la céramique, de la peinture et du traitement des eaux.

SCHEMA 1



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

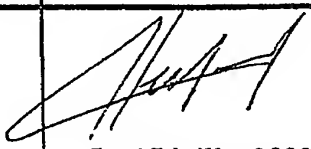
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 250299

Vos références pour ce dossier (facultatif)		BR0121	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0709015	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de préparation de suspensions aqueuses de charges minérales. Suspensions aqueuses de charges minérales obtenues et leurs utilisations.			
LE(S) DEMANDEUR(S) : OMYA S.A.S. 35 Quai André Citroën 75725 PARIS Cedex 15 FRANCE			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		HUSSON	
Prénoms		Maurice	
Adresse	Rue	4 rue Jean Moulin	
	Code postal et ville	51000	CHALONS EN CHAMPAGNE - (FRANCE)
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		JACQUEMET	
Prénoms		Christian	
Adresse	Rue	24 allée Henriette	
	Code postal et ville	69005	LYON - (FRANCE)
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		VOROBIEV	
Prénoms		Eugène	
Adresse	Rue	7 Square Prosper Mérimée	
	Code postal et ville	60200	COMPIEGNE - (FRANCE)
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		 Le 17 juillet 2002 Pour OMYA S.A.S. Le Mandataire Eric HESSANT (PG n° 9791)	

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.